

(12) NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES PATENTWESENS (PCT) VERÖFFENTLICHTE INTERNATIONALE ANMELDUNG

(19) Weltorganisation für geistiges Eigentum
Internationales Büro



(43) Internationales Veröffentlichungsdatum
8. April 2004 (08.04.2004)

PCT

(10) Internationale Veröffentlichungsnummer
WO 2004/029130 A1

(51) Internationale Patentklassifikation⁷: **C08G 63/80**,
63/78

(21) Internationales Aktenzeichen: PCT/AT2003/000284

(22) Internationales Anmeldedatum:
25. September 2003 (25.09.2003)

(25) Einreichungssprache: Deutsch

(26) Veröffentlichungssprache: Deutsch

(30) Angaben zur Priorität:
A 1433/2002 25. September 2002 (25.09.2002) AT

(71) Anmelder (für alle Bestimmungsstaaten mit Ausnahme von
US): **STARLINGER & CO GESELLSCHAFT M.B.H.**
[AT/AT]; Sonnenuhrasse 4, A-1060 Wien (AT).

(72) Erfinder; und

(75) Erfinder/Anmelder (nur für US): **FELLINGER**,
Markus [AT/AT]; Grossdörnbachstrasse 13, A-4073
Wilhering (AT) **LOVRANICH, Christian** [AT/AT];
Furtherstrasse 49/1, A-2564 Weissenbach (AT).

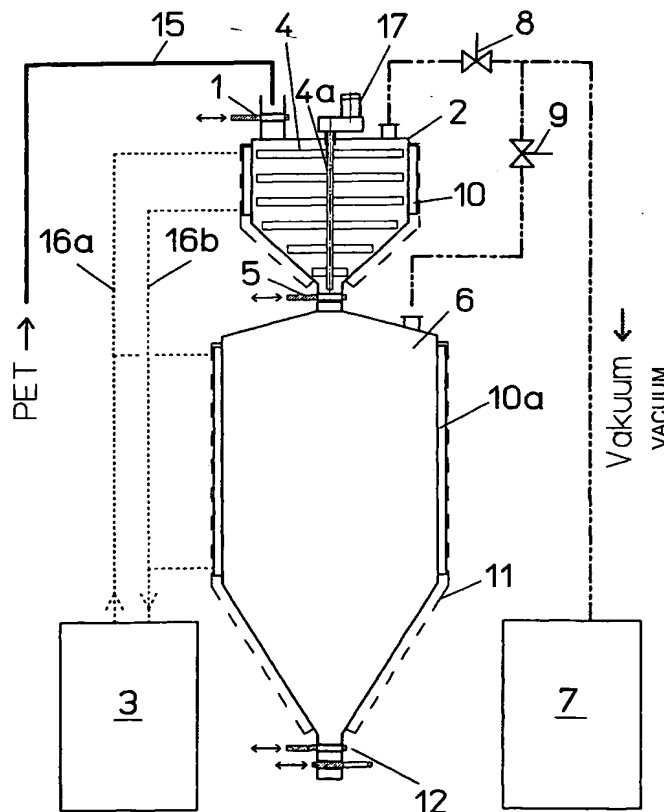
(74) Anwälte: **MARGOTTI, Herwig** usw.; Wipplingerstrasse
32/22, A-1010 Wien (AT).

(81) Bestimmungsstaaten (national): AE, AG, AL, AM, AU,
AZ, BA, BB, BG, BR, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU,

[Fortsetzung auf der nächsten Seite]

(54) Title: METHOD AND DEVICE FOR INCREASING THE INTRINSIC VISCOSITY OF POLYESTER MATERIAL BY MEANS OF SOLID PHASE POLYMERISATION

(54) Bezeichnung: VERFAHREN UND VORRICHTUNG ZUR ERHÖHUNG DER GRENZVISKOSITÄT VON POLYESTER-MATERIAL MITTELS FESTPHASENPOLYMERISATION



(57) Abstract: The invention relates to a method and a device for increasing the intrinsic viscosity of polyester material by means of solid phase polymerisation. According to said method, the polyester material is thermally treated in a thermal treatment tank (6), after having being introduced into a pre-heating tank (2) prior to being fed to the thermal treatment tank (6). In the pre-heating tank, the material is heated to a thermal treatment temperature that equals or exceeds that of the thermal treatment tank (6) and once at this temperature is delivered to the thermal treatment tank (6). The pre-heating tank (2) is small compared to the thermal treatment tank (6), so that the relatively small quantity of polyester material contained in the pre-heating tank can be rapidly heated to the designated temperature and only resides in the pre-heating tank for a short time. Once the designated temperature has been reached, the entire contents of the pre-heating tank can be delivered in one step to the thermal treatment tank and the pre-heating tank can be subsequently recharged with polyester material. As a result of the short residence time, the pre-heating tank is suitable for operation in discontinuous mode.

(57) Zusammenfassung: Die Erfindung betrifft ein Verfahren und eine Vorrichtung zur Erhöhung der Grenzviskosität von Polyester-Material mittels Festphasenpolymerisation, wobei das Polyester-Material in einem Wärmebehandlungsbehälter (6) wärmebehandelt wird, wobei das Polyester-Material vor seiner Förderung in den Wärmebehandlungsbehälter

[Fortsetzung auf der nächsten Seite]

WO 2004/029130 A1



CZ, DE, DK, DM, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MZ, NI, NO, NZ, OM, PG, PH, PL, PT, RO, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, YU, ZA, ZM, ZW.

DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IT, LU, MC, NL, PT, RO, SE, SI, SK, TR), OAPI-Patent (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

Veröffentlicht:

— mit internationalem Recherchenbericht

(84) **Bestimmungsstaaten (regional):** ARIPO-Patent (GH, GM, KE, LS, MW, MZ, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), eurasisches Patent (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), europäisches Patent (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE,

Zur Erklärung der Zweibuchstaben-Codes und der anderen Abkürzungen wird auf die Erklärungen ("Guidance Notes on Codes and Abbreviations") am Anfang jeder regulären Ausgabe der PCT-Gazette verwiesen.

(6) in einen Vorwärmbehälter (2) eingebracht wird, in dem es auf eine Wärmebehandlungstemperatur des Wärmebehandlungsbehälters (6) oder darüber erwärmt und nach Erreichen dieser Temperatur an den Wärmebehandlungsbehälter (6) abgegeben wird. Der Vorwärmbehälter (2) ist im Vergleich zum Wärmebehandlungsbehälter (6) klein, so dass die darin enthaltene relativ kleine Menge an Polyester-Material rasch auf die vorgesehene Temperatur erwärmt werden kann, wodurch sich eine geringe Verweilzeit im Vorwärmbehälter ergibt. Nach Erreichen der vorgesehenen Temperatur kann der gesamte Inhalt des Vorwärmbehälters auf einmal an den Wärmebehandlungsbehälter abgegeben werden und daraufhin der Vorwärmbehälter neu mit Polyester-Material beschickt werden. Der Vorwärmbehälter ist aufgrund der kurzen Verweilzeit gut im diskontinuierlichen Betrieb betreibbar.

Verfahren und Vorrichtung zur Erhöhung der Grenzviskosität von Polyester-Material mittels Festphasenpolymerisation

Die Erfindung betrifft ein Verfahren und eine Vorrichtung zur Erhöhung der Grenzviskosität von Polyester-Material mittels Festphasenpolymerisation, wobei das Polyester-Material in einem Wärmebehandlungsbehälter wärmebehandelt wird.

Bei der Herstellung hochmolekularer Polyester, wie beispielsweise PET und PEN, macht man sich ein einzigartiges Verhalten von Polyester unter den Kunststoffen zunutze, wonach bei Verweilen von Polyester unter hohen Temperaturen und Vakuum oder Inertgas, um den oxidativen Abbau zu verhindern, Polykondensation der Polyester-Moleküle auftritt und sich damit die Viskosität des Polyesters erhöht. Diese Gewinnung hochmolekularer Polyester aus niedrig-molekularem Polyester-Ausgangsmaterial erfolgt üblicherweise mittels Schmelzpolymerisation oder Festphasenpolymerisation oder einer Kombination aus beiden Verfahren.

Bei der Schmelzpolymerisation wird Polyesterschmelze bei Temperaturen um ca. 270°C bis 300°C für ca. 30 Minuten bis 5 Stunden unter starkem Vakuum von ca. 1 mbar verarbeitet. Nachteilig ist hierbei, dass auf Grund der hohen Verarbeitungstemperaturen der eingangs erläuterte oxidative Abbauprozess des Polyesters stattfindet, der zur Gelbfärbung führt und der Polykondensation des Polyesters entgegenwirkt. Die durch Schmelzpolymerisation erzielbaren Grenzviskositätswerte liegen bei ca. 0,6 IV (=Intrinsic Viscosity).

Bei der Festphasenpolymerisation wird die Polyesterschmelze üblicherweise durch mehrere Düsen extrudiert, und die dabei entstehenden Kunststoffstränge werden darauffolgend in einem Wasserbad abgekühlt. Nach der Erhärtung der Kunststoffstränge werden diese granuliert, d.h. zu Pellets geschnitten. Durch die schnelle Abkühlung liegt das Polyester im amorphen Zustand vor. Dies ist wichtig, da ursprünglich transparente Polyester-Materialien im amorphen Zustand durchsichtig bleiben, wogegen bei langsamer Abkühlung Polyester einen kristallinen Zustand einnimmt, in dem sich ursprünglich transparentes Material weiß verfärbt. Zur weiteren Verarbeitung muss das Polyestergranulat wieder erwärmt werden, wobei es im Bereich der Kristallisationstemperatur (80 – 120 °C) zu einem Verkleben der

Granulatkörper kommt. Daher wird das Granulat zunächst einem sog. Kristallinisator zugeführt, in dem es unter starkem Rühren auf eine Temperatur über der Kristallisationstemperatur gebracht wird, um die Rieselfähigkeit der Granulatkörner für die weitere Behandlung zurückzugewinnen, was für den Transport und die Trocknung in einem Behälter ohne Rührwerk von großer Bedeutung ist. In kristalliner Form nimmt das Granulat darüber hinaus weniger Feuchte auf und erlaubt dadurch kürzere Verweilzeiten während der Trocknung. Das Granulat wird danach einem Festphasenpolymerisations-Behälter, auch SSP (Solid State Polymerisation)-Reaktor oder Wärmebehandlungs-Behälter genannt, zugeführt und darin auf ca. 220 bis 250 °C erwärmt und anschließend für ca. 1-40 Stunden unter diesen Bedingungen belassen, bis die gewünschte Grenzviskosität erreicht ist.

Die Erwärmung des Polyester-Granulats im SSP-Reaktor wird nach dem Stand der Technik entweder mittels eines Inertgasstromes (z.B. Stickstoff) als Wärmeträgermedium durchgeführt, der - außerhalb des Reaktors erhitzt - den Reaktor und das darin befindliche Granulat durchströmt, dabei seine Wärme an das Granulat abgibt und anschließend wieder abgesaugt wird; oder mittels Heizelementen in einem evakuierten Reaktor.

Nachteilig an der Erwärmung durch einen Inertgasstrom ist die Tatsache, dass die verwendeten technischen Gase (z.B. Stickstoff) teuer sind und daher sowie aus Umweltschutzgründen in einem geschlossenen Kreislauf geführt werden müssen. Dieser geschlossene Kreislauf bedingt auch, dass aufwändige Reinigungseinrichtungen für den Inertgasstrom vorgesehen werden müssen, um aus dem Granulat aufgenommene Schadstoffe und Verunreinigungen auszufiltern. Die Realisierung eines solchen Reaktors rechnet sich daher nur für riesige Anlagen in der Größenordnung eines Durchsatzes von 20 Tonnen Polyestergranulat pro Tag und mehr.

Die Erwärmung des Granulats in einem unter Vakuum stehenden Behälter ist insofern mit Nachteilen verbunden, als das Vakuum ein exzellenter Wärmeisolator ist und durch diese Eigenschaft einer Erwärmung des Granulats entgegenwirkt. Es ist dadurch erforderlich, entweder extrem lange Verweilzeiten des Granulats im Behälter vorzusehen, oder bei einer Erwärmung durch an der Behälteraußenseite angebrachte Heizelemente im Behälterinneren ein oder mehrere Rührwerke zur Durchmischung des Granulats vorzusehen, oder technisch

aufwändige bewegliche Heizelemente, die gleichzeitig als Mischelemente dienen, im Behälterinneren vorzusehen. All diese konstruktiven Maßnahmen werfen jedoch technische Probleme wie die Ausbildung toter Räume, in denen das Granulat hängen bleibt, Umlenkungen des Granulatflusses, ungleichmäßige Erwärmung, hoher Energieverbrauch etc. auf und sind auch aus Kostengründen unerwünscht. Eine kontinuierliche Beschickung des Erwärmungsbehälters mit Granulat wird aus den genannten Gründen sehr erschwert.

Ziel der vorliegenden Erfindung ist es daher, ein Verfahren und eine Vorrichtung der eingangs angeführten Art bereitzustellen, durch welche die geschilderten Nachteile des Standes der Technik gemildert oder gar beseitigt werden.

Dies wird beim erfindungsgemäßen Verfahren dadurch erreicht, dass das Polyester-Material vor seiner Förderung in den Wärmebehandlungsbehälter in einen Vorwärmbehälter eingebracht wird, in dem es auf eine Wärmebehandlungstemperatur des Wärmebehandlungsbehälters oder darüber, vorzugsweise im Wesentlichen auf die Wärmebehandlungstemperatur, erwärmt und nach Erreichen dieser Temperatur an den Wärmebehandlungsbehälter abgegeben wird. Die Wärmebehandlungstemperatur beträgt im Allgemeinen zumindest 180 °C. Der Vorwärmbehälter kann im Vergleich zum Wärmebehandlungsbehälter klein sein, so dass die darin enthaltene relativ kleine Menge an Polyester-Material rasch auf die vorgesehene Temperatur erwärmt werden kann, wodurch sich eine geringe Verweilzeit im Vorwärmbehälter ergibt. Nach Erreichen der vorgesehenen Temperatur kann der gesamte Inhalt des Vorwärmbehälters auf einmal, d.h. chargenweise, an den Wärmebehandlungsbehälter abgegeben werden und daraufhin der Vorwärmbehälter neu mit Polyester-Material beschickt werden. Der Vorwärmbehälter ist aufgrund der kurzen Verweilzeit gut im diskontinuierlichen Betrieb betreibbar.

Aus Kostenvorteilen und zugunsten einer einfacheren Konstruktion im Vergleich zu oben erläuterten Inertgas-Anlagen kann der Vorwärmbehälter unter Vakuum, vorzugsweise zwischen 0,1 und 10 mbar, betrieben werden, wobei die Beheizung des Vorwärmbehälters mittels Konvektionswärme erfolgen kann, indem der Vorwärmbehälter mit möglichst großen Oberflächen ausgeführt wird, die beheizt sind. Die Beheizung der Behälteroberflächen wiederum kann mittels elektrischer Heizstäbe oder einem

Wärmeträgermedium wie Öl erfolgen, das die Behälteroberflächen durchströmt oder umströmt. Diese Art der Beheizung bringt den Vorteil, daß der Vorwärmbehälter, mit geeigneten Schiebern oder Klappen versehen, gleichzeitig als Schleusenbehälter für den Wärmebehandlungsbehälter verwendet werden kann, um eine möglichst kurze Verweilzeit des Polyesters unter Luftsauerstoff zu erzielen, bzw. den Luftsauerstoff ab einer Temperatur von 160 – 180°C komplett auszuschließen. Eine besonders günstige Ausführung des Behälters beinhaltet ein, vorzugsweise beheiztes, Rührwerk, um mittels ständigem Rühren die Temperatur im Behälter und somit die Durchwärmung des Polyesters möglichst gleichmäßig zu halten.

Baulich und preislich günstig erweist sich, wenn der Vorwärmbehälter in den Eingangsbereich des Wärmebehandlungsbehälters integriert ist.

Zur vorteilhaften Durchführung der Anfahrphase des erfindungsgemäßen Verfahrens ist vorgesehen, dass am Ausgang des Wärmebehandlungsbehälters die Temperatur des Polyester-Materials gemessen wird und bei ungenügender Temperatur das Material an den Vorwärmbehälter oder den Eingang des Wärmebehandlungsbehälters zurückgeleitet wird. Sollte der Reaktor längere Zeit still stehen, so dass das darin enthaltene Granulat unter die Wärmebehandlungstemperatur absinkt, so ist es dennoch nicht erforderlich, den Wärmebehandlungsbehälter ganz zu leeren und das ausgetragene Material wieder zu extrudieren, sondern das Polyester-Material wird solange im Kreislauf geführt, bis es die erforderliche Temperatur am Ausgang besitzt, wobei es in diesem Fall auch die notwendige Verweilzeit erfahren hat.

Da aufgrund der notwendigen Verweilzeiten im Vorwärmbehälter und im Wärmebehandlungsbehälter der Durchsatz des Polyester-Materials geringer ist als die übliche Granulierleistung einer vorgeschalteten Granuliereinheit, kann es sich als günstig erweisen, wenn das Granulat nach seiner Herstellung auf eine Vielzahl von Vorwärmbehältern mit nachgeschalteten Wärmebehandlungsbehältern aufgeteilt wird, bzw. aus einem Vorwärmbehälter in mehrere Wärmebehandlungsbehälter gefördert wird, um zu einem ausgewogenen Verhältnis zwischen den Durchsätzen der Granuliereinheit und den Wärmebehandlungsbehältern zu kommen.

Vorteilhaft kann das wärmebehandelte Polyester-Material nach dem Austrag aus dem Wärmebehandlungsbehälter noch im erwärmten Zustand einem Extruder oder einer schmelzeaufbereitenden Einrichtung, z.B. einer Spritzgussmaschine übergeben werden, sodass die im Material gespeicherte Wärme optimal ausgenutzt wird.

Die erfindungsgemäße Vorrichtung zur Erhöhung der Grenzviskosität von Polyester-Material mittels Festphasenpolymerisation durch Wärmebehandlung in einem Wärmebehandlungsbehälter ist dadurch gekennzeichnet, dass dem Wärmebehandlungsbehälter ein Vorwärmbehälter zur Erwärmung des Polyester-Materials auf eine Wärmebehandlungstemperatur des Wärmebehandlungsbehälters oder darüber, vorzugsweise im Wesentlichen auf die Wärmebehandlungstemperatur, vorgeschaltet ist. Im Vorwärmbehälter kann das Polyester-Material in wesentlich kürzerer Zeit auf die vorgesehene Temperatur gebracht werden, als es im Wärmebehandlungsbehälter allein möglich wäre. Vorteilhaft ist an den Vorwärmbehälter ein Vakuum, vorzugsweise zwischen 0,1 und 10 mbar, anlegbar, wobei der Vorwärmbehälter zur schnelleren Erwärmung des darin beinhaltenen Granulats ein beheiztes Rührwerk aufweisen kann. Ein diskontinuierlicher Betrieb des Vorwärmbehälters kann erreicht werden, wenn er mit dem Wärmebehandlungsbehälter über einen Schieber verbunden ist.

Zur Vermeidung der bekannten mit Inertgaskreisläufen verbundenen Probleme ist in einer bevorzugten Ausführungsform der Erfindung an den Wärmebehandlungsbehälter ein Vakuum, vorzugsweise zwischen 0,1 und 10 mbar, anlegbar. Eine solche Anlage ist auch in kleineren und mittleren Baugrößen rentabel.

Mit der erfindungsgemäßen Vorrichtung ist es möglich, den Vorwärmbehälter diskontinuierlich zu betreiben, wobei nur geringe Verweilzeiten des Polyester-Materials erforderlich sind, den Wärmebehandlungsbehälter aber, der das Polyester-Material zur Festkörperpolymerisation über eine beträchtlich längere Verweilzeit von 3-10 Stunden und mehr beinhalten muss, im kontinuierlichen Betrieb zu fahren, da das Material bereits mit der vorgesehenen Wärmebehandlungstemperatur eingebracht wird. Da somit im Gegensatz zum Stand der Technik eine geringere Heizleistung des Wärmebehandlungsbehälters erforderlich

ist (da das Granulat nur auf der Beschickungstemperatur oder knapp darunter gehalten, nicht aber höher erhitzt werden muss), kann der Wärmebehandlungsbehälter eine Wandheizung aufweisen und damit Probleme mit Toträumen durch Innenheizung vermeiden, oder sogar ein unbeheizter, wärmeisolierter Behälter sein.

Einfachste Bauweise erzielt man, wenn der Vorwärmbehälter in den Eingangsbereich des Wärmebehandlungsbehälters integriert ist. Weiters kann am Ausgang des Wärmebehandlungsbehälters ein Temperatursensor zur Messung der Temperatur des Polyester-Materials und eine Rückführleitung für das Polyester-Material an den Vorwärmbehälter oder den Eingang des Wärmebehandlungsbehälters vorgesehen sein, wobei der Polyestermaterial-Austragsstrom in Abhängigkeit von seiner gemessenen Temperatur in die Rückführleitung umschaltbar ist.

Zur besseren Anpassung der erfindungsgemäßen Vorrichtung an den Durchsatz von vorgeschalteten Granuliereinheiten ist eine Vielzahl an Vorwärmbehältern mit nachgeschalteten Wärmebehandlungsbehältern, oder ein Vorwärmbehälter mit einer Vielzahl nachgeschalteter Wärmebehandlungsbehälter vorgesehen. Dem Wärmebehandlungsbehälter wiederum kann zur Minimierung von Wärmeverlusten ein Extruder oder eine schmelzeaufbereitende Einrichtung, z.B. eine Spritzgussmaschine, direkt nachgeschaltet sein.

Die Erfindung wird nun anhand nicht einschränkender Ausführungsbeispiele näher erläutert.

In den Zeichnungen zeigen Fig. 1 bis 4 vier Ausführungsformen der Erfindung schematisch in Diagrammen, wobei gleiche oder ähnliche Bauteile mit denselben Bezugszeichen versehen sind und in der folgenden Beschreibung nur einmal erläutert werden.

Fig. 1 zeigt eine erste Ausführung der Erfindung mit einem Vorwärmbehälter 2 mit einer vakuumdichten Einlassklappe 1, in die eine Leitung 15 zur Zufuhr von Polyester-Material mündet. Der Vorwärmbehälter 2 ist doppelwandig ausgeführt und wird mittels eines Heizgeräts 3 beheizt, das ein flüssiges Wärmeträgermedium (Öl, Wasser) erwärmt, das durch Heizzuleitungen 16a in den Zwischenraum (Wandheizung 10) der Doppelwände des

Vorwärmbehälters 2 eingebracht, und nachdem es seine Wärme abgegeben hat, über Ableitungen 16b wieder zum Heizgerät 3 zurückgeführt wird. Zusätzlich wird der Vorwärmbehälter 2 von einem mittels Drehdurchführung 4a beheiztem Rührwerk 4 von innen erwärmt. Das Rührwerk 4 wird von einem Motor 17 angetrieben. Ein Auslassschieber 5 stellt eine verschließbare Verbindung zwischen dem Auslass des Vorwärmbehälters 2 und dem eigentlichen Wärmebehandlungsbehälter 6 her. Über eine Vakuumanlage 7 werden beide Behälter mittels Ventilsteuerung 8 und 9 unabhängig voneinander evakuiert. Der Wärmebehandlungsbehälter 6 weist lediglich eine Wandheizung 10a auf, in der Wärmeträgermedium aus dem Heizgerät 3 über die Zu- und Rückleitungen 16a, 16b zirkuliert. Die Wandheizung 10 ist so dimensioniert, dass im Behälterinneren befindliches Polyester-Material auf seiner Wärmebehandlungstemperatur gehalten wird, aber nicht höher erwärmt wird. Der Wärmebehandlungsbehälter 6 ist von einer Wärmeisolierung 11 umgeben, um die Wärmestrahlungsverluste zu kompensieren. Auslassseitig befindet sich am Wärmebehandlungsbehälter 6 ein Doppelschleusensystem 12, um ein kontinuierliches Vakuum im Wärmebehandlungsbehälter zu gewährleisten, dabei aber kontinuierlichen Materialaustrag zu gewährleisten. Anstatt des auslassseitigen Doppelschleusensystems könnte auch eine vakuumdichte Zellradschleuse verwendet werden.

In einem Versuchsaufbau wurde ein Wärmebehandlungsbehälter mit einem Volumen von ca. 1000 Liter verwendet, das Volumen des vorgeschalteten Vorwärmbehälters betrug ca. 40 Liter.

Das erfindungsgemäße Verfahren wird in der Vorrichtung nach Fig. 1 folgendermaßen durchgeführt.

Das Polyestermaterial, z.B. PET, wird über geeignete Fördereinrichtungen wie Vakuumförderer, Förderschnecke oder die Leitung 15 über die geöffnete Einlassklappe 1 in den Vorwärmbehälter 2, der auf eine Wärmebehandlungstemperatur von 220°C vorgewärmt wurde, gefördert. Der Auslassschieber 5 des Vorwärmbehälters 2 zum Wärmebehandlungsbehälter 4 ist geschlossen. Das Ventil 8 der Vakuumanlage 7 zum Vorwärmbehälter ist geschlossen, das Ventil 9 der Vakuumanlage 7 zum Wärmebehandlungsbehälter 6 ist geöffnet, so dass nur der Wärmebehandlungsbehälter 6

evakuiert wird. Nach Befüllen des Vorwärmebehälters 2 mit einer Charge des Polyestermaterials werden die Einlassklappe 1 und das Vakuumventil 9 zum Wärmebehandlungsbehälter 6 geschlossen, so dass im Wärmebehandlungsbehälter das erzeugte Vakuum beibehalten wird. Danach wird das Vakuumventil 8 zum Vorwärmbehälter 2 geöffnet, und der Behälter wird evakuiert (vorzugsweise auf unter 5mbar). Anschließend wird das Vakuumventil 9 zum Wärmebehandlungsbehälter 6 wieder geöffnet. Die in den Vorwärmbehälter 2 eingebrachte Charge des Polyestermaterials wird bis auf die Wärmebehandlungstemperatur von ca. 220 °C erwärmt. Nachdem das Polyestermaterial die gewünschte Temperatur angenommen hat, wird die Materialcharge unter Vakuum an den Wärmebehandlungsbehälter 6 übergeben, indem der Auslasschieber 5 geöffnet wird, bis der Inhalt des Vorwärmbehälters zur Gänze in den Wärmebehandlungsbehälter 6 gelangt ist, worauf der Auslasschieber 5 geschlossen wird und der Vorwärmbehälter von Neuem mit Polyestermaterial befüllt werden kann. Nach Erreichen der gewünschten Verweildauer im Wärmebehandlungsbehälter 6 wird nach dem FIFO-Prinzip (first in first out) Polyester-Material durch das Doppelschleusensystem 12 aus dem Wärmebehandlungsbehälter 6 ausgetragen (die mittlere Austragstemperatur des Materials aus dem Wärmebehandlungsbehälter betrug im Versuchsaufbau 212 °C).

Fig. 2 zeigt schematisch eine etwas einfachere Ausführung der oben erläuterten Vorrichtung, bei der im Vorwärmbehälter ein leichter oxidativer Abbau des Materials (Gelbfärbung) in Kauf genommen wird, was bei Recyclinganwendungen toleriert werden kann. Die Ausführungsform von Fig. 2 unterscheidet sich von jener nach Fig. 1 vor allem dadurch, dass der Vorwärmbehälter 2 über kein Rührwerk und keine Konvektions-Wandheizung verfügt. Statt der Konvektionswärme der Behälterflächen wird das Polyester-Material im Vorwärmbehälter 2 durch ein Wärmeträgermedium, im vorliegenden Fall Luft, beheizt. Die Luft wird in Form von Umgebungsluft durch ein Gebläse 18 angesaugt, in einem Lufterhitzer 19 auf die gewünschte Wärmebehandlungstemperatur von z.B. 220°C erwärmt, durch ein Einlassventil 20 dem Vorwärmbehälter 2 zugeführt, durch den Vorwärmbehälter und damit durch das darin befindliche Polyester-Material strömen gelassen und über ein Auslassventil 21 wieder abgesaugt. Bessere Erwärmung des Polyester-Materials könnte durch Stickstoff oder Trockenluft erzielt werden. Dennoch wurden auch bei dieser einfachen

Ausführung mittels Erwärmung des Polyester-Materials durch Umgebungsluft akzeptable Werte erzielt.

Eine Weiterentwicklung der Ausführungsform von Fig. 2 mit Luftbeheizung des Vorwärmbehälters ist in Fig. 3 dargestellt. Dabei wird der Vorwärmbehälter 2 in zwei verschiedene Temperaturzonen unterteilt, wobei in der oberen Zone 2a durch eine Wandheizung 10 und ein beheiztes Rührwerk 4 eine Temperatur des eingebrachten Polyester-Materials von z.B. 180°C erzielt wird, die über der Kristallinisierungstemperatur des Polyester-Materials liegt. Die Beheizung im oberen Bereich könnte auch mit Heißluft erfolgen. Im unteren Bereich des Vorwärmbehälters 2 wird durch die Zuführung von Heißluft durch das Einlassventil 20 eine Temperaturzone 2b von ca. 220°C geschaffen, wobei die Heißluft auf der gegenüberliegenden Seite durch das Auslassventil 21 wieder abgesaugt wird. Das vorbehandelte Polyester-Material wird über das Schleusensystem 12 ausgetragen und über eine vakuumdichte Zuführleitung 22 dem Wärmebehandlungsbehälter 6 zugeführt. Der Vorwärmbehälter wirkt somit als Kristallinisator, in dem das Polyester über die Kristallisationstemperatur erwärmt wird, um aneinander anklebende Polyester-Granulatkörper voneinander zu lösen und somit wieder die Rieselfähigkeit der Körner für die weitere Behandlung herzustellen, was bei Bearbeitungsvorgängen, die ohne Rührwerk stattfinden, von großer Bedeutung ist. In kristalliner Form nimmt das Granulat darüber hinaus weniger Feuchtigkeit auf und erlaubt auch kürzere Verweilzeiten während der Trocknung (z.B. nach vorausgegangenen Waschvorgängen).

Fig. 4 schließlich zeigt eine besonders einfache und kostengünstig herstellbare Ausführungsform der Erfindung, bei der der Vorwärmbehälter 2' mit dem Rührwerk 4 in den oberen Abschnitt des Wärmebehandlungsbehälters 6' integriert ist. Weiters ist am Ausgang des Wärmebehandlungsbehälters (6') ein Temperatursensor (13) zur Messung der Temperatur des Polyester-Materials und eine Rückführleitung (14) für das Polyester-Material an den Vorwärmbehälter 2' vorgesehen, wobei der Polyestermaterial-Austragsstrom bei zu geringer Temperatur in die Rückführleitung zurückgeführt wird. Dadurch kann in der Anfahrphase der Vorrichtung oder nach einem längeren Stillstand, durch den das im Wärmebehandlungsbehälter befindliche Polyester-Material unter die Wärmebehandlungstemperatur absinkt, darauf verzichtet werden, den

Wärmebehandlungsbehälter ganz zu leeren und das ausgetragene Material zu extrudieren und wieder in den Behandlungsprozess zu bringen, sondern das Polyester-Material wird solange im Kreislauf geführt, bis es die erforderliche Temperatur am Ausgang besitzt, wobei es in diesem Fall auch die notwendige Verweilzeit erfahren hat.

Patentansprüche:

1. Verfahren zur Erhöhung der Grenzviskosität von Polyester-Material mittels Festphasenpolymerisation, wobei das Polyester-Material in einem Wärmebehandlungsbehälter wärmebehandelt wird, dadurch gekennzeichnet, dass das Polyester-Material vor seiner Förderung in den Wärmebehandlungsbehälter in einen Vorwärmbehälter eingebracht wird, in dem es auf eine Wärmebehandlungstemperatur des Wärmebehandlungsbehälters oder darüber, vorzugsweise im Wesentlichen auf die Wärmebehandlungstemperatur, erwärmt und nach Erreichen dieser Temperatur an den Wärmebehandlungsbehälter abgegeben wird.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die Erwärmung des Polyester-Materials im Vorwärmbehälter unter Vakuum, vorzugsweise zwischen 0,1 und 10 mbar, erfolgt.
3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass die Erwärmung des Polyester-Materials im Vorwärmbehälter mittels eines beheizten Rührwerks erfolgt.
4. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass die Erwärmung des Polyester-Materials im Vorwärmbehälter durch ein Wärmeträgermedium erfolgt.
5. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, dass das erwärmte Polyester-Material chargenweise aus dem Vorwärmbehälter an den Wärmebehandlungsbehälter abgegeben wird.
6. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, dass die Wärmebehandlungstemperatur zumindest 180 °C beträgt.
7. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, dass der Wärmebehandlungsbehälter unter Vakuum, vorzugsweise zwischen 0,1 und 10 mbar, gehalten wird.

8. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, dass der Wärmebehandlungsbehälter mittels einer Wandheizung beheizt wird.
9. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 8, dadurch gekennzeichnet, dass der Vorwärmbehälter in den Eingangsbereich des Wärmebehandlungsbehälters integriert ist.
10. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 9, dadurch gekennzeichnet, dass am Ausgang des Wärmebehandlungsbehälters die Temperatur des Polyester-Materials gemessen wird und bei ungenügender Temperatur das Polyester-Material an den Vorwärmbehälter oder den Eingang des Wärmebehandlungsbehälters zurückgeleitet wird.
11. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 10, dadurch gekennzeichnet, dass das zu behandelnde Polyester-Material einer Vielzahl von Vorwärmbehältern mit nachgeschalteten Wärmebehandlungsbehältern, oder einem Vorwärmbehälter mit mehreren nachgeschalteten Wärmebehandlungsbehältern zugeführt wird.
12. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 11 dadurch gekennzeichnet, dass das zu behandelnde Polyester-Material vor seinem Einbringen in den Vorwärmbehälter granuliert wird.
13. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 12, dadurch gekennzeichnet, dass das wärmebehandelte Polyester-Material nach dem Austrag aus dem Wärmebehandlungsbehälter noch im erwärmten Zustand einem Extruder oder einer schmelzeaufbereitenden Einrichtung, z.B. einer Spritzgussmaschine übergeben wird.
14. Vorrichtung zur Erhöhung der Grenzviskosität von Polyester-Material mittels Festphasenpolymerisation durch Wärmebehandlung in einem Wärmebehandlungsbehälter, dadurch gekennzeichnet, dass dem Wärmebehandlungsbehälter (6) ein Vorwärmbehälter (2) zur Erwärmung des Polyester-Materials auf eine Wärmebehandlungstemperatur des Wärmebehandlungsbehälters oder darüber, vorzugsweise im Wesentlichen auf die Wärmebehandlungstemperatur, vorgeschaltet ist.

15. Vorrichtung nach Anspruch 14, dadurch gekennzeichnet, dass an den Vorwärmbehälter (2) ein Vakuum, vorzugsweise zwischen 0,1 und 10 mbar, anlegbar ist.
16. Vorrichtung nach Anspruch 14 oder 15, dadurch gekennzeichnet, dass der Vorwärmbehälter (2) ein beheiztes Rührwerk (4) aufweist.
17. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 14 bis 16, dadurch gekennzeichnet, dass der Vorwärmbehälter (2) über einen Schieber (5) mit dem Wärmebehandlungsbehälter (6) verbunden ist.
18. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 14 bis 17, dadurch gekennzeichnet, dass an den Wärmebehandlungsbehälter (6) ein Vakuum, vorzugsweise zwischen 0,1 und 10 mbar, anlegbar ist.
19. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 14 bis 18, dadurch gekennzeichnet, dass der Wärmebehandlungsbehälter (6) eine Wandheizung (10) aufweist, oder ein unbeheizter, Behälter mit Wärmeisolierung (11) ist.
20. Vorrichtung nach Anspruch 14, dadurch gekennzeichnet, dass der Vorwärmbehälter (2') in den Eingangsbereich des Wärmebehandlungsbehälters (6') integriert ist. (Fig. 4)
21. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 14 bis 20, dadurch gekennzeichnet, dass am Ausgang des Wärmebehandlungsbehälters (6') ein Temperatursensor (13) zur Messung der Temperatur des Polyester-Materials und eine Rückführleitung (14) für das Polyester-Material an den Vorwärmbehälter oder den Eingang des Wärmebehandlungsbehälters vorgesehen ist, wobei der Polyester-Material-Austragsstrom in Abhängigkeit von seiner gemessenen Temperatur in die Rückführleitung umschaltbar ist.
22. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 14 bis 21, dadurch gekennzeichnet, dass sie eine Vielzahl an Vorwärmbehältern mit nachgeschalteten Wärmebehandlungsbehältern, oder einen Vorwärmbehälter mit einer Vielzahl nachgeschalteter Wärmebehandlungsbehälter aufweist.

23. Vorrichtung nach Anspruch 14, dadurch gekennzeichnet, dass dem Vorwärmbehälter eine Granuliereinheit für das Polyester-Material vorgeschaltet ist.

24. Vorrichtung nach Anspruch 14, dadurch gekennzeichnet, dass dem Wärmebehandlungsbehälter ein Extruder oder eine schmelzeaufbereitende Einrichtung, z.B. eine Spritzgussmaschine, nachgeschaltet ist.

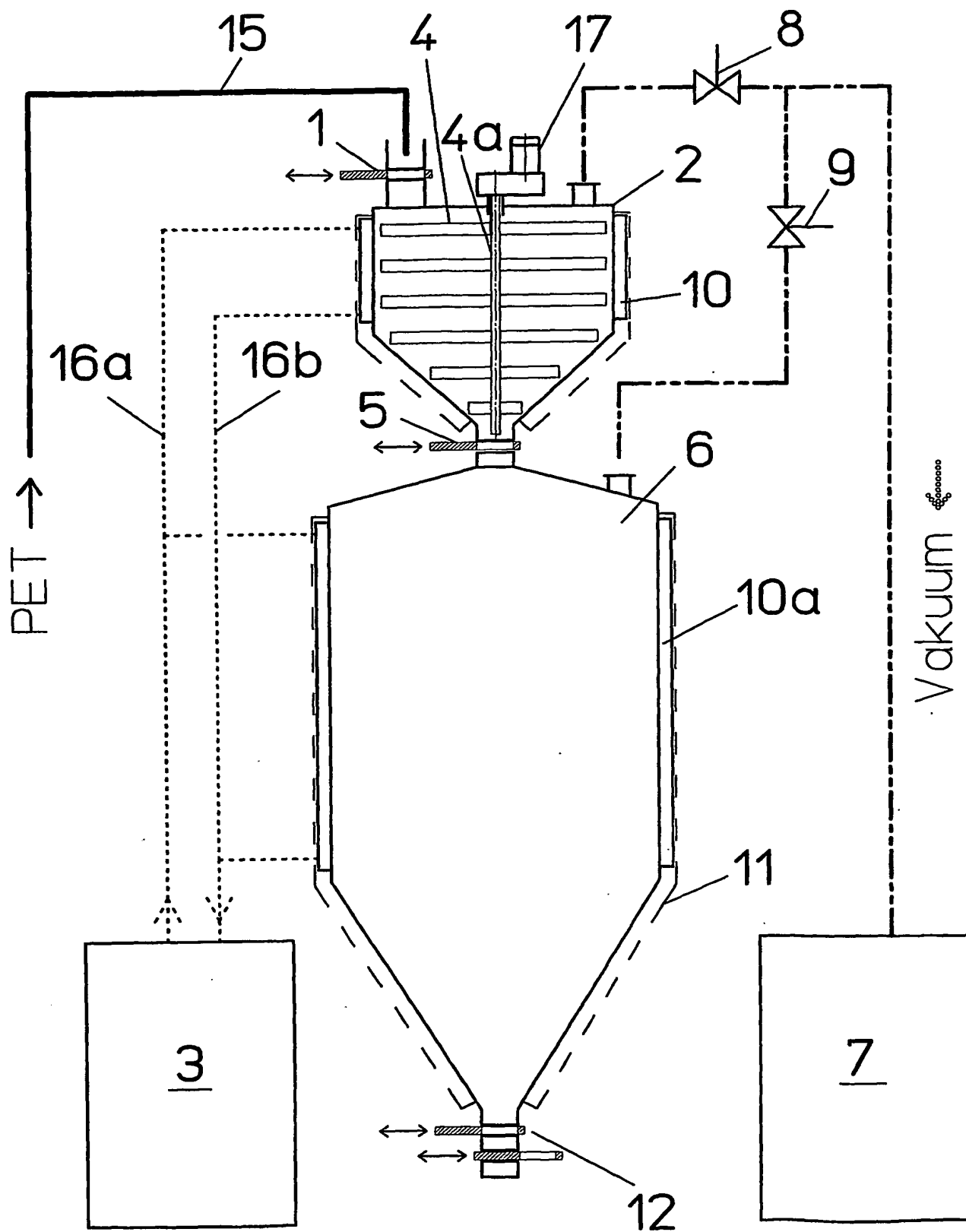


FIG.1

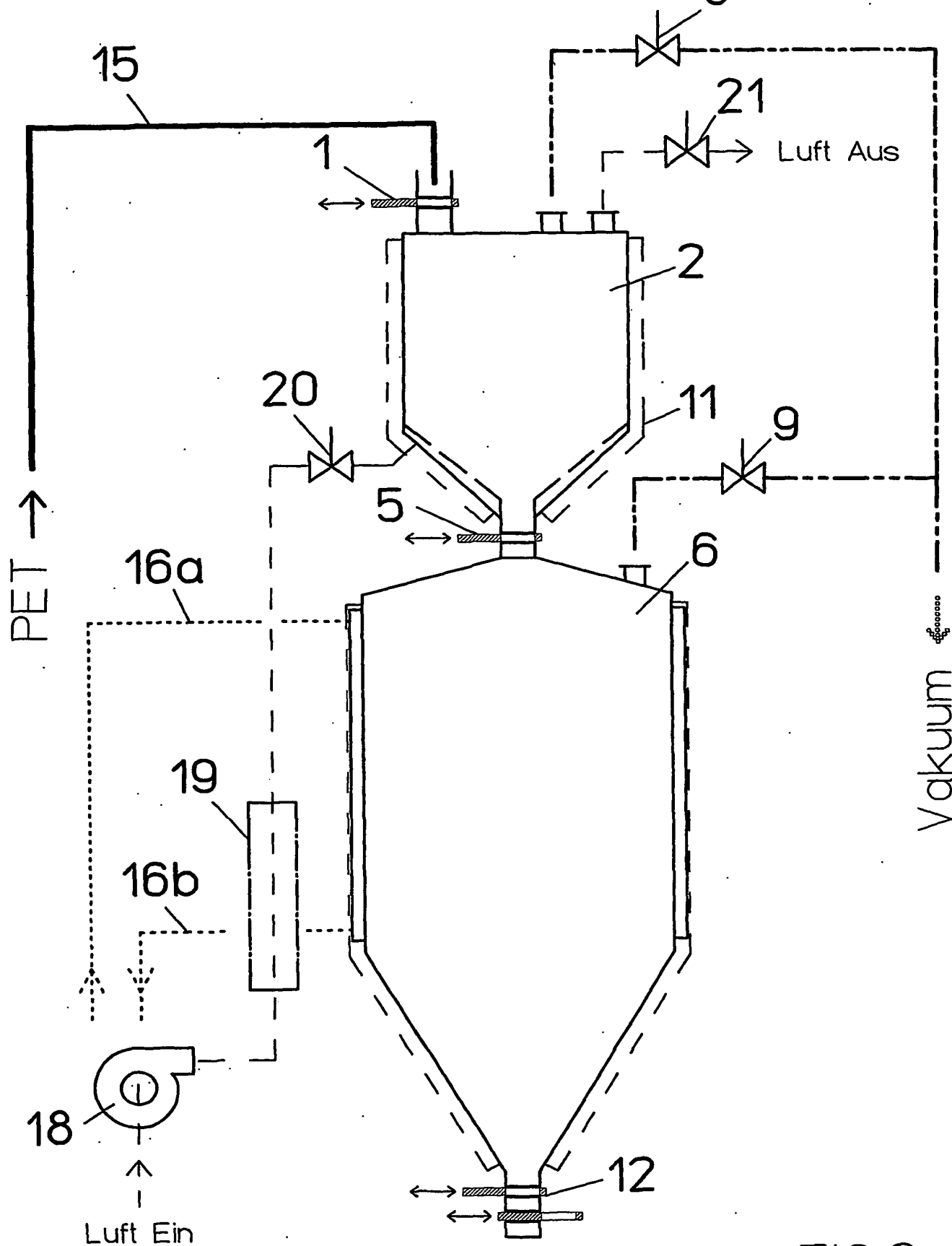


FIG.2

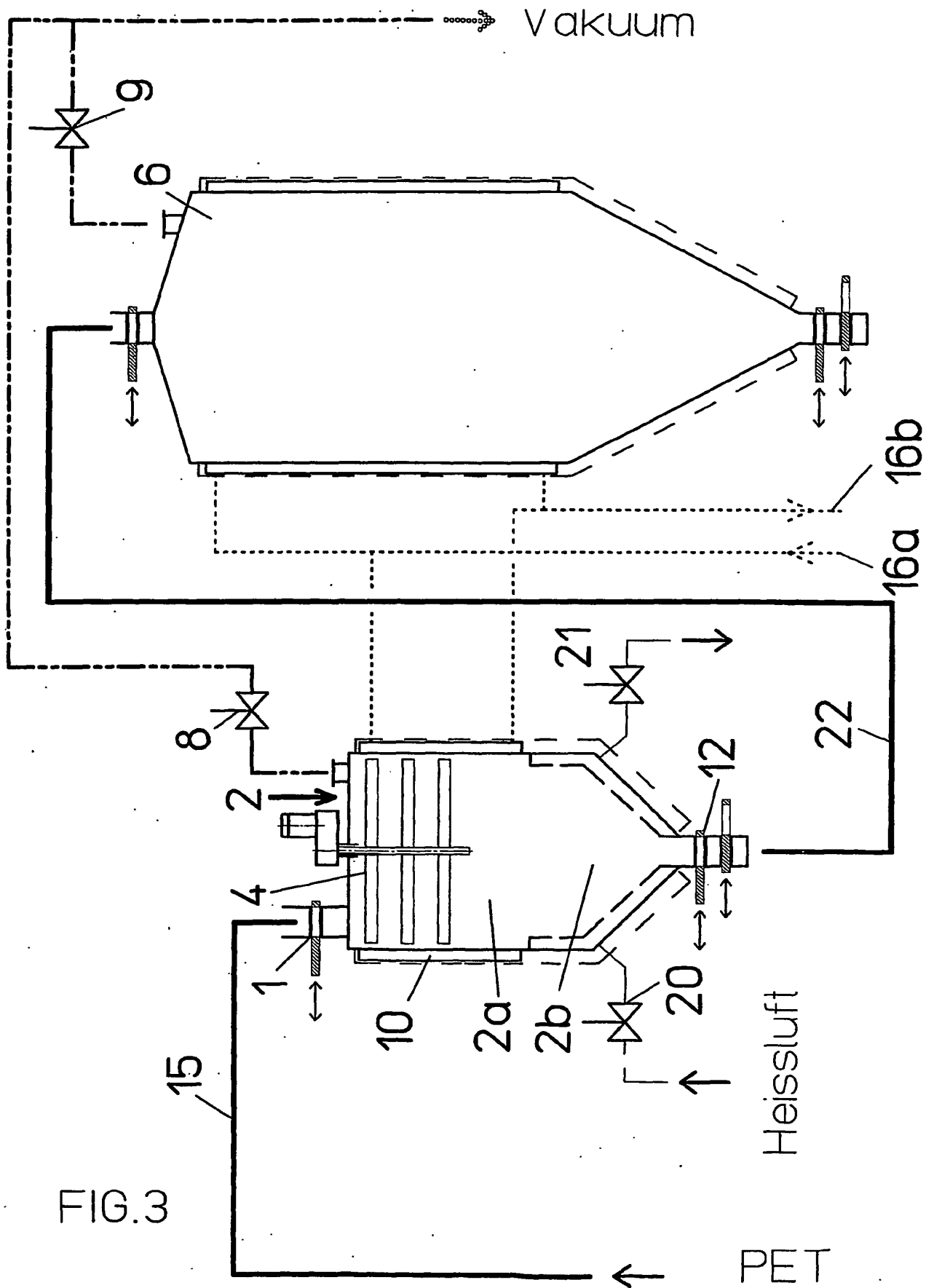
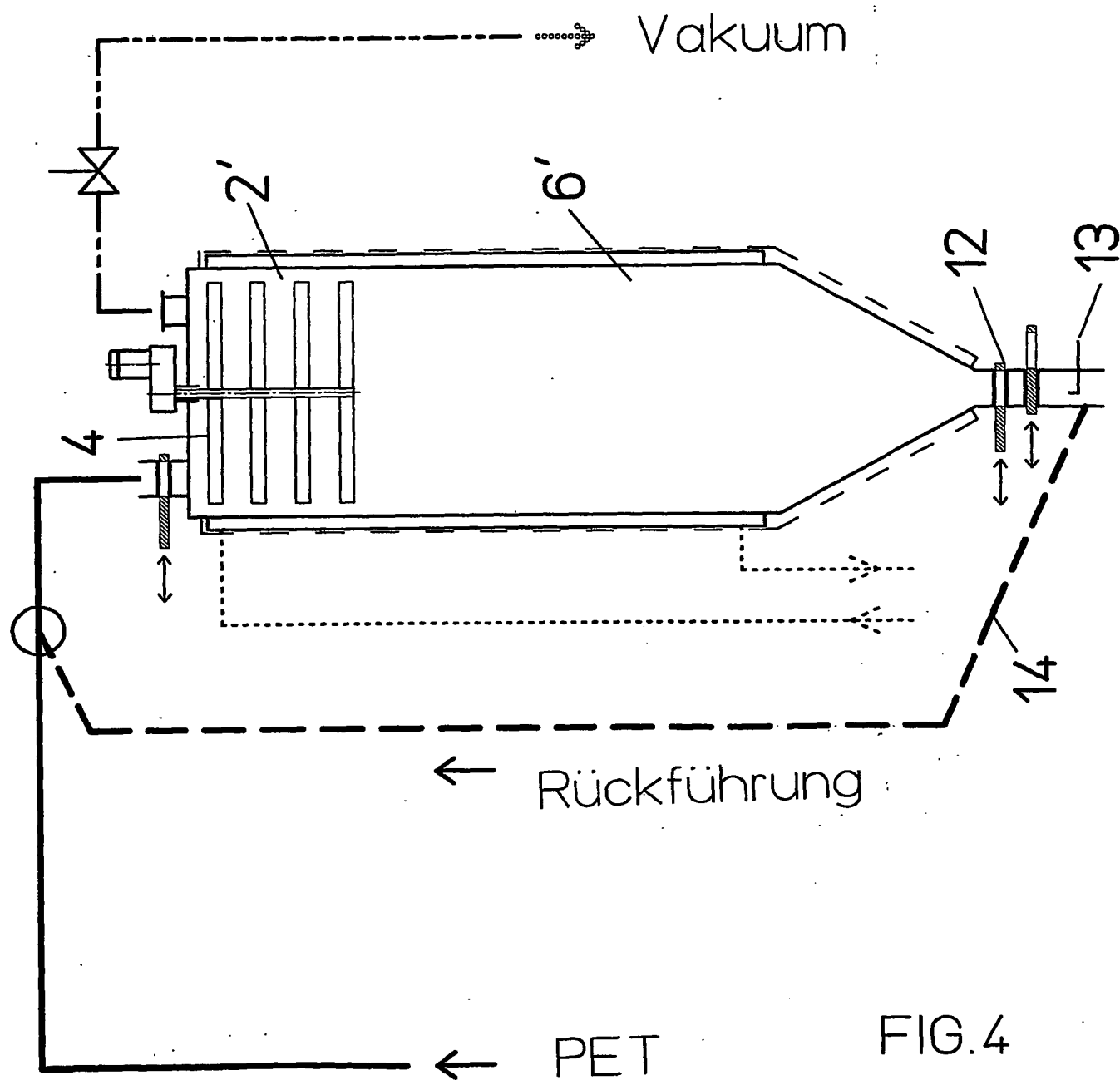


FIG.3



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No.
PCT/A78/00284

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
IPC 7 C08G63/80 C08G63/78

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)
IPC 7 C08G

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)

EPO-Internal

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	US 4 370 302 A (OKUHIRA TOSHIFUMI ET AL) 25 January 1983 (1983-01-25) column 6, line 20; claims 1-6	1-24
X	US 2002/026030 A1 (DUH BEN) 28 February 2002 (2002-02-28) paragraph '0027!; claims 1-6	1,3-6, 12-14, 16,22-24

☐ Further documents are listed in the continuation of box C.

☒ Patent family members are listed in annex.

* Special categories of cited documents:

- *A* document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
- *E* earlier document but published on or after the international filing date
- *L* document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
- *O* document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
- *P* document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

- *T* later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
- *X* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
- *Y* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.
- *&* document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search 15 December 2003	Date of mailing of the international search report 02/01/2004
Name and mailing address of the ISA European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl, Fax (+31-70) 340-3016	Authorized officer Decocker, L

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No
PCT/AT/00284

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
US 4370302	A	25-01-1983	JP 56112935 A 05-09-1981
			JP 1485279 C 14-03-1989
			JP 56112936 A 05-09-1981
			JP 63029693 B 15-06-1988
			JP 57041567 A 08-03-1982
			DE 3068277 D1 19-07-1984
			EP 0031968 A1 15-07-1981
US 2002026030	A1	28-02-2002	GB 2365873 A 27-02-2002

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Internat. Aktenzeichen

PCT/AT/03/00284

A. KLASSIFIZIERUNG DES ANMELDUNGSGEGENSTANDES
 IPK 7 C08G63/80 C08G63/78

Nach der Internationalen Patentklassifikation (IPK) oder nach der nationalen Klassifikation und der IPK

B. RESEARCHIERTE GEBIETE

Recherchiertes Mindestprüfstoff (Klassifikationssystem und Klassifikationssymbole)
 IPK 7 C08G

Recherchierte aber nicht zum Mindestprüfstoff gehörende Veröffentlichungen, soweit diese unter die recherchierten Gebiete fallen

Während der internationalen Recherche konsultierte elektronische Datenbank (Name der Datenbank und evtl. verwendete Suchbegriffe)

EPO-Internal

C. ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN

Kategorie*	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
X	US 4 370 302 A (OKUHIRA TOSHIFUMI ET AL) 25. Januar 1983 (1983-01-25) Spalte 6, Zeile 20; Ansprüche 1-6	1-24
X	US 2002/026030 A1 (DUH BEN) 28. Februar 2002 (2002-02-28) Absatz '0027!; Ansprüche 1-6	1,3-6, 12-14, 16,22-24

☐ Weitere Veröffentlichungen sind der Fortsetzung von Feld C zu entnehmen

☒ Siehe Anhang Patentfamilie

* Besondere Kategorien von angegebenen Veröffentlichungen :

A Veröffentlichung, die den allgemeinen Stand der Technik definiert, aber nicht als besonders bedeutsam anzusehen ist

E älteres Dokument, das jedoch erst am oder nach dem internationalen Anmeldedatum veröffentlicht worden ist

L Veröffentlichung, die geeignet ist, einen Prioritätsanspruch zweifelhaft erscheinen zu lassen, oder durch die das Veröffentlichungsdatum einer anderen im Recherchenbericht genannten Veröffentlichung belegt werden soll oder die aus einem anderen besonderen Grund angegeben ist (wie ausgeführt)

O Veröffentlichung, die sich auf eine mündliche Offenbarung, eine Benutzung, eine Ausstellung oder andere Maßnahmen bezieht

P Veröffentlichung, die vor dem internationalen Anmeldedatum, aber nach dem beanspruchten Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist

T Spätere Veröffentlichung, die nach dem internationalen Anmeldedatum oder dem Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist und mit der Anmeldung nicht kollidiert, sondern nur zum Verständnis des der Erfindung zugrundeliegenden Prinzips oder der ihr zugrundeliegenden Theorie angegeben ist

X Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann allein aufgrund dieser Veröffentlichung nicht als neu oder auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden

Y Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann nicht als auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden, wenn die Veröffentlichung mit einer oder mehreren anderen Veröffentlichungen dieser Kategorie in Verbindung gebracht wird und diese Verbindung für einen Fachmann naheliegend ist

Z Veröffentlichung, die Mitglied derselben Patentfamilie ist

Datum des Abschlusses der internationalen Recherche

15. Dezember 2003

Absendedatum des internationalen Recherchenberichts

02/01/2004

Name und Postanschrift der internationalen Recherchenbehörde
 Europäisches Patentamt, P.B. 5818 Patentlaan 2
 NL - 2280 HV Rijswijk
 Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,
 Fax (+31-70) 340-3016

Bevollmächtigter Bediensteter

Decocker, L

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Angaben zu Veröffentlichungen, die zur selben Patentfamilie gehören

Internationalen Kennzeichen

PCT/AT/00284

Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokument		Datum der Veröffentlichung	Mitglied(er) der Patentfamilie		Datum der Veröffentlichung
US 4370302	A	25-01-1983	JP	56112935 A	05-09-1981
			JP	1485279 C	14-03-1989
			JP	56112936 A	05-09-1981
			JP	63029693 B	15-06-1988
			JP	57041567 A	08-03-1982
			DE	3068277 D1	19-07-1984
			EP	0031968 A1	15-07-1981
<hr/>					
US 2002026030	A1	28-02-2002	GB	2365873 A	27-02-2002
<hr/>					